

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-332501

(43)Date of publication of application : 22.11.2002

(51)Int.Cl. B22F 1/02  
B22F 1/00  
H01B 1/00  
H01B 1/22  
H01B 13/00  
H05K 3/12

(21)Application number : 2001-142218

(71)Applicant : MITSUI MINING & SMELTING CO  
LTD

(22)Date of filing : 11.05.2001

(72)Inventor : SAKAGAMI TAKAHIKO  
UWAZUMI YOSHIKI

(54) METHOD FOR MANUFACTURING SILVER-COATED COPPER POWDER, SILVER-COATED COPPER POWDER OBTAINED BY THE MANUFACTURING METHOD, CONDUCTIVE PASTE USING THE SILVER-COATED COPPER POWDER, AND PRINTED WIRING BOARD USING THE CONDUCTIVE PASTE

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for manufacturing silver-coated copper powder by which paste viscosity can be reduced when the copper powder is processed into a conductive paste, a silver-coated copper powder, and a conductive paste, etc.

SOLUTION: The method is a method for manufacturing the silver-coated copper powder having a silver layer on the surface, and, e.g. a method for manufacturing the silver-coated copper powder having the following steps is adopted: a silver coating step for forming the silver layer on the surface of the particles of the copper powder; and a silver-layer-smoothing step for smoothing the surface of the silver layer on the silver-coated copper powder. The resultant silver-coated copper powder has quality characteristics which cannot be seen in the conventional silver-coated copper powder, and the conductive paste manufactured by using this silver-coated copper powder has low paste viscosity.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 05.01.2004

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

BEST AVAILABLE COPY

**This Page Blank (uspto)**

(19) 日本国特許庁 (J P)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2002-332501  
(P2002-332501A)

(43) 公開日 平成14年11月22日 (2002.11.22)

(51)Int.Cl'	識別記号	F I	キーワード(参考)
B 2 2 F	1/02	B 2 2 F	1/02 A 4 K 0 1 8
	1/00		1/00 L 5 E 3 4 3
H 0 1 B	1/00	H 0 1 B	1/00 C 5 G 3 0 1
	1/22		1/22 A
13/00	5 0 1	13/00	5 0 1 Z
審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 7 頁) 最終頁に続く			

(21)出願番号	特願2001-142218(P2001-142218)	(71)出願人	000006183 三井金属鉱業株式会社 東京都品川区大崎1丁目11番1号
(22)出願日	平成13年5月11日(2001.5.11)	(72)発明者	坂上 貴彦 東京都品川区大崎1丁目11番1号 三井金属鉱業株式会社機能材料事業本部機能粉末事業部内
		(72)発明者	上住 義明 東京都品川区大崎1丁目11番1号 三井金属鉱業株式会社機能材料事業本部機能粉末事業部内
		(74)代理人	100111774 弁理士 田中 大輔

最終頁に続く
--------

(54) 【発明の名称】 銀コート銅粉の製造方法、その製造方法で得られた銀コート銅粉、その銀コート銅粉を用いた導

(57) 【要約】 電性ペースト、及びその導電性ペーストを用いたプリント配線板。

【課題】 導電性ペーストに加工したときのペースト粘度を低くできる銀コート銅粉の製造方法、銀コート銅粉、導電性ペースト等を提供する。

【解決手段】 銀層を表面に備えた銀コート銅粉の製造方法であって、銅粉の粉粒表面に銀層を形成する銀コート工程、当該銀コート銅粉の銀層の表面を平滑化するための銀層平滑化工程を備えたことを特徴とした銀コート銅粉の製造方法他を採用する。そして、この製造方法で得られた銀コート銅粉は、従来の銀コート銅粉に無い品質特性を備えるものとなり、この銀コート銅粉を用いて製造した導電性ペーストは、ペースト粘度の低いものとなる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 銀層を表面に備えた銀コート銅粉の製造方法であって、銅粉の粉粒表面に銀層を形成する銀コート工程、当該銀コート銅粉の銀層の表面を平滑化するための銀層平滑化工程を備えたことを特徴とした銀コート銅粉の製造方法。

【請求項2】 銀層を表面に備えた銀コート銅粉の製造方法であって、銅粉の粉粒表面を平滑化するための銅粉粒平滑化工程、この銅粉の平滑表面に銀層を形成する銀コート工程、

【式2】 
$$\text{比表面積} \leq 0.39 + 2.45 \exp(-0.88 \times D_{50})$$

【請求項4】 請求項3に記載の銀コート銅粉を用いて、導電性ペーストを製造した導電性ペースト。

【請求項5】 請求項4に記載の導電性ペーストを用いて形成した導体を含んだプリント配線板。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本件出願に係る発明は、銀コート銅粉の製造方法、その製造方法で得られた銀コート銅粉、その銀コート銅粉を用いた導電性ペースト、及びその導電性ペーストを用いたプリント配線板に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 従来から銅粉は、導電性ペーストの原料として広く用いられてきた。導電性ペーストは、その取り扱いの容易さ故に、実験目的の使用から、電子産業用途に到るまで広範な領域において使用されてきた。

【0003】 中でも、銀層を表面に備えた銀コート銅粉は、導電性ペーストに加工され、スクリーン印刷法を用いたプリント配線板の回路形成、各種電気的接点部等に応用され、電気的導通確保の手段に用いられてきた。即ち、表面に銀層を備えていない銅粉と比較したときに、銀コート銅粉は銅よりも電気的伝導性に優れた低抵抗の銀層が表面を被覆しているため、その銀コート銅粉を用いた導電性ペーストを用いて、導体形成を行うと低抵抗の導体の形成が可能となることが知られてきた。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、銀コート銅粉は、導電性ペーストに加工したときのペースト粘度が高く、ペースト製造直後の初期のペースト粘度の経時変化が起こりやすく、導電性ペーストとしての品質管理、品質維持に費やす管理が煩雑であり、その使用が拡大していくための障害ともなっていた。

【0005】 これらのことから、銀コート銅粉を、導電性ペーストに加工したときのペースト粘度を低くでき、しかも、導電性ペーストを用いて形成した導体回路のPCT特性を良好とすることのできる銀コート銅粉が、市

当該銀コート銅粉の銀層の表面を平滑化するための銀層平滑化工程を備えたことを特徴とする銀コート銅粉の製造方法。

【請求項3】 銀コート銅粉であって、マイクロトラック平均粒径 $D_{50}$ と粒度分布の標準偏差SDとの関係式 $SD/D_{50} \times 100$ で表される工程変動指数CV値が27%以下であり、比表面積が式1に表す条件、及び、タップ充填密度が式2に表す条件を満たすものであることを特徴とする請求項1又は請求項2に記載の製造方法で得られる銀コート銅粉。

【式1】

【0006】

【課題を解決するための手段】 そこで、本件発明者等は、銀コート銅粉を用いた導電性ペーストのペースト粘度が高くなる原因を追求した。まず、ペースト粘度に影響を与える可能性のある銅粉側の要素としては、銀コート銅粉の表面の酸化状態、銀コート銅粉の表面形状、銀コート銅粉の凝集状態については、少なくとも検討を要するものであると判断した。

【0007】 そして、鋭意研究の結果、各要因とも、導電性ペーストとしたときのペースト粘度に与える影響があると判断した。そして、銀コート銅粉の表面酸化を極力抑制すること、銀コート銅粉の粉粒表面を凹凸のない滑らかな形状とすること、これらが導電性ペーストに加工した場合のペースト粘度を低くするために必要であると判断したのである。更に、銀コート銅粉は、かなり凝集した2次構造体となっていることも明らかとなってきた。凝集度合いが著しい場合の銀コート銅粉を用いて、導電性ペーストを製造し、電子産業分野で電気的導通確保の回路形成用に用いても、微細な回路形成の形成が不可能となる傾向にある。従って、導電性ペースト中での銀コート銅粉の分散性を高めるため、凝集した2次構造を破壊する必要が生じるのである。これらのことを背景に、以下に述べる発明を完成したのである。

【0008】 請求項1に記載した発明は、銀層を表面に備えた銀コート銅粉の製造方法であって、銅粉の表面に銀層を形成する銀コート工程、当該銀コート銅粉の粉粒表面の平滑化を行う銀層平滑化工程を備えたことを特徴とする銀コート銅粉の製造方法である。

【0009】 ここに述べた、銀コート銅粉の製造方法を、より簡単に言い表わすのであれば、銅粉の表面を銀を用いてコートし、銀コート銅粉を製造し、そして、得られた銀コート銅粉の表面を平滑化させる処理を行うのである。

【0010】 銅粉の表面に銀層を形成する銀コート工程は、銅粉を銀の置換メッキ可能な溶液に入れ、攪拌す

ること銅粉の表面に銀を析出させる電気化学的手法を採用することができる。また、物理的手法として、銅粉をチャンバー内で揺動させつつ、スパッタリング法を用いて銅粉の表面に銀を着地付着させ、銀層を形成することも可能であり、銀層の表面の酸化を可能な限り防止するという意味においては好ましい手法である。即ち、銀コート工程における銅粉表面への銀層の形成手段は、特に限定を要するものではない。この段階では、得られた銀コート銅粉は、かなり凝集した2次構造体となっているのである。

【0011】次に、銀層平滑化工程で、銀コート工程で得られた銀コート銅粉の表面の平滑化が行われるのである。この表面の平滑化工程で採用する手法としては、いわゆるジェットミル、ディスインテグレート、ハイブリタイザー等の衝突摩擦式粉砕装置を用いて、各々の銀コート銅粉の粉粒同士を衝突させることで、粉粒表面の微細な凹凸を消失させることができる。また、単なる攪拌翼を備えた攪拌機内で銀コート銅粉を攪拌する方法、銀コート銅粉を溶液中に入れ溶液攪拌を行う方法、ボールミルの如きメカニカルな手法等を用いることも可能である。

【0012】このような手法を採用することで、銀コート銅粉の粉粒表面の微細な凹凸形状を消失させるとともに、銀層と銅粉との境界の接合安定性を高め、銀コート工程で生じていた銀コート銅粉の凝集状態を破壊して、凝集した粉粒の分離を行い、導電性ペーストに加工した際の銀コート銅粉の分散性を高めることが出来るという効果が、重畳して同時に得られるのである。従って、表面平滑化工程を経て得られる銀コート銅粉を用いて製造される導電性ペーストは、ペースト粘度が低く、しかも、導電性ペースト中での分散性が高いため電子産業分野で微細回路の形成に用いても、良好な結果が得られるのである。

【0013】以上に述べた内容から理解できるように、請求項1に記載した銀コート銅粉の製造方法で得られた製品は、従来の銀コート銅粉とは、全く異なった製品品質を備えることとなる。本件発明者等の研究によれば、請求項1に記載の製造方法で得られた銀コート銅粉は、マイクロトラック平均粒径 $D_{50}$ と粒度分布の標準偏差SDとの関係式 $SD/D_{50} \times 100$ で表される工程変動指数CV値が2.7以下であり、タップ充填密度が $4.3 \text{ g/cm}^3$ 以上で、且つ、比表面積が $0.38 \text{ m}^2/\text{g}$ 以下という特性を安定して備えることが可能となる。

【0014】ここで「マイクロトラック平均粒径 $D_{50}$ と粒度分布の標準偏差SDとの関係式 $SD/D_{50} \times 100$ で表される工程変動指数CV値」とは、粉体の粒度分布の測定に用いるマイクロトラック法を用いて測定した結果として得られる「マイクロトラック平均粒径 $D_{50}$ 」と「標準偏差SD」とを用いて算出されるものであり、このCV値の値が小さいほど、粉粒の粒径が揃っ

ており、大きなバラツキをもっていないことを意味している。従来の銀コート銅粉では、このCV値が3.6以上の値を示すことが知られている。ところが、請求項1に記載の製造方法をもって得られた銀コート銅粉のCV値は、2.7%以下と小さくなり、粒度分布のバラツキが小さくなるのである。

【0015】「タップ充填密度」は、その値が大きいほど、一定の空間に対する銀コート銅粉の充填量が高いことを意味する。このとき表面が平滑で滑らかな銀コート銅粉と、表面に凹凸の存在する粗れた表面を持つ銀コート銅粉とでは、前者のタップ充填密度の値の方が高くなるのが一般的である。また、「比表面積」とは、BET法により得られる実測の表面積のことである。従って、この比表面積の値が小さいほど、滑らかで平滑な表面を持つ銀コート銅粉であると言えるのである。即ち、タップ充填密度と比表面積との値を、銀コート銅粉の表面の平滑さを推測するための指標として用いることが出来るのである。

【0016】本件発明に係る銀コート銅粉には、導電性ペーストに加工した際のペースト粘度を低くするため、上述したタップ充填密度が高く、且つ、比表面積が小さいという特性が求められる。従来の銀コート銅粉では、タップ充填密度が $4.0 \sim 4.2 \text{ g/cm}^3$ 、比表面積が $0.50 \text{ m}^2/\text{g}$ 前後である。ところが、請求項1に記載の製造方法をもって得られた銀コート銅粉のタップ充填密度は $4.3 \text{ g/cm}^3$ 以上で、且つ、比表面積が $0.38 \text{ m}^2/\text{g}$ 以下という特性を安定して備えるものとなるのである。

【0017】次に、請求項2には、もう一つの製造方法として、銀層を表面に備えた銀コート銅粉の製造方法であって、銅粉の粉粒表面を平滑化するための銅粉粒平滑化工程、この銅粉の平滑表面に銀層を形成する銀コート工程、当該銀コート銅粉の銀層の表面を平滑化するための銀層平滑化工程を備えたことを特徴とする銀コート銅粉の製造方法としている。

【0018】この製造方法は、まず、銅粉の段階で、銅粉の粉粒表面を平滑化するための銅粉粒平滑化工程を設けている。この銅粉の粉粒表面を平滑化する手段としては、前述した銀層平滑化手段で用いたと同様の手法を採用することができる。このように銅粉の段階で、粉粒の表面を一旦平滑化しておけば、その後形成する銀層を、請求項1に記載した製造方法の場合と比べても、バラツキのない均一な厚さで形成することが可能となるのである。

【0019】そして、銀コート工程で、銅粉粒平滑化工程が終了した銅粉の粉粒の表面に銀層を形成するのである。ここでの銀層の形成方法は、請求項1の製造方法で用いる手法と同様の手法が採用できるため、ここでの重複した説明は省略する。

【0020】更に、銀層を形成した銅粉を、銀層平滑化

工程により、請求項1に記載の銀コート銅粉の場合と同様に、粉粒表面の微細な凹凸形状を消失させるとともに、銀層と銅粉との境界の接合安定性を高め、銀コート工程で生じていた銀コート銅粉の凝集状態を破壊して、凝集した粉粒の分離を行い、導電性ペーストに加工した際の銀コート銅粉の分散性を高めることが出来るという効果が、重畳して同時に得られるのである。

【0021】以上に述べた内容から理解できるように、請求項2に記載した銀コート銅粉の製造方法で得られた製品も、従来の銀コート銅粉とは、全く異なった製品品質を備え、しかも、請求項1に記載した製造方法で得られた銀コート銅粉よりも、更に安定した品質を示すこととなる。特に、この方法で得られた銅粉は、導電性ペーストに加工し、多層プリント配線板の層間導通を確保するための、層間導体を形成するのに適したものである。即ち、銀層を備えているため、低抵抗の導体を形成することが出来る。しかも、銀層が均一に銅粉の表面を被覆しているため、電気的導通性能にバラツキが無くなり、プリント配線板の層間接続信頼性の試験の一種であるプレッシャークッカー試験（PCT）で優れた性能を発揮するのである。

【0022】ここで言うPCTとは、銀コート銅粉で、層間導体を形成した多層プリント配線板を、 $2\text{ atm} \times 121^\circ\text{C}$ の高温高圧雰囲気中に2時間保持し、その後、直ちに半田バスフロート、半田バスディッピング等でヒートショックをかけ、銀コート銅粉で形成した層間導体とその層間導体と接続する銅箔回路部との界面のデラミネーション挙動を試験するものである。従って、PCT特性に欠けるとは、銀コート銅粉で形成した層間導体とその層間導体と接続する銅箔回路部との界面での剥離が起こり、デラミネーションが発生することを意味するのである。即ち、銅粉の粉粒の表面の銀層が均一にバラツキのない状態で形成できると、このPCT特性に優れ、PCTでのデラミネーションが起こらなくなるのである。

【0023】この請求項2に記載の銀コート銅粉の製造方法で得られた銀コート銅粉は、マイクロトラック平均粒径 $D_{50}$ と粒度分布の標準偏差SDとの関係式 $SD/D_{50} \times 100$ で表される工程変動指数CV値が25以下であり、タップ充填密度が $4.5\text{ g/cm}^3$ 以上で、且つ、比表面積が $0.35\text{ m}^2/\text{g}$ 以下という特性を安定して備えることが、研究の結果、明らかとなっている。

【0024】ここで「マイクロトラック平均粒径 $D_{50}$ と粒度分布の標準偏差SDとの関係式 $SD/D_{50} \times 100$ で表される工程変動指数CV値」、「タップ充填密度」等の用語の持つ意味は、上述したと同様であるため、重複した記載を避けるため、ここでの説明は省略する。

【0025】本件発明に係る銀コート銅粉の物性面からの特性を捉えると、請求項3に記載したように、銀コー

ト銅粉であって、マイクロトラック平均粒径 $D_{50}$ と粒度分布の標準偏差SDとの関係式 $SD/D_{50} \times 100$ で表される工程変動指数CV値が27以下であり、比表面積が式1に表す条件、及び、タップ充填密度が式2に表す条件を満たすものであることを特徴とする銀コート銅粉となるのである。

【0026】ここで、式1とは、横軸に $D_{50}$ 、縦軸に比表面積の値をプロットした2次関数平面上で生じる関係式である。この比表面積の値が、式1である $0.39 + 2.45 \exp(-0.88 \times D_{50})$ で与えられる値以下の小さな値となる領域のものが、ペースト粘度の低下に寄与するものとなるのである。

【0027】そして、式2とは、横軸に $D_{50}$ 、縦軸にタップ充填密度の値をプロットした2次関数平面上で生じる関係式である。このタップ充填密度の値が、式2である $4.56 - 1.90 \exp(-0.50 \times D_{50})$ で与えられる値以上の大きな値となる領域のものが、ペースト粘度の低下及びPCT特性を良好なものとするのである。

【0028】従って、ペースト粘度の低下とPCT特性とを両立させるためには、銀コート銅粉は、①CV値が27%以下であること、② $D_{50}$ と比表面積とが式1の関係を満足するものであること、③ $D_{50}$ とタップ充填密度とが式2の関係を満足することが必要となるのである。

【0029】更に、当該銀コート銅粉を用いて製造した導電性ペーストも、そのバインダー樹脂の組成さえ同一であれば、従来の銀コート銅粉を用いた場合よりも、低いペースト粘度を備え、且つ、経時変化の少ないものとする事が可能となるのである。これらのことから、請求項4には、請求項3に記載の銀コート銅粉を用いて製造した導電性ペーストとしているのである。

【0030】請求項5には、請求項4に記載の導電性ペーストを用いて製造したプリント配線板としている。近年は、電子産業の分野でも、特にプリント配線板用途においての需要が増加してきている。今日のプリント配線板業界に対しては、我国の電機業界が厳しい国際価格競争に晒されていることもあり、コストダウン要求が一層厳しさを増すこととなっている。このような市場の動向を受け、近年は、4層以上の多層プリント配線板において、層間導電性を確保する手段として、スルーホールメッキ法、パイアホール形成法等に変わって、導電性ペーストを用いて多層プリント配線板の層間導通を確保する手法が行われるようになってきた。

【0031】これは、予め基材に層間導通部を形成する穴を形成し、この穴に導電性ペーストを充填して硬化させ、その表層に銅箔を張り付けた銅張積層板を用いてプリント配線板を製造する方法や、予め銅箔の基材との接着面に層間導通部となる突起を導電性ペーストを硬化させることで形成し、これを基材と積層して張り付ける方

法等により銅張積層板製造時に層間導通を確保する等の種々の方法が採用されており、安定した層間導通性能の確保は必要最低限の条件となる。本件発明に係る導電性ペーストを用いると、その粘度が低いため、穴への導電性ペーストの充填性を良好にすることでき、導電性ペーストを用いて層間導通部となる突起を銅箔表面に形成する等の作業が容易となるのである。

【0032】このとき導電性ペーストの原料に銀コート銅粉を使用し、この導電性ペーストを用いて多層プリント配線板の層間導通の形成用に用いると、層間抵抗を低く維持することが可能となる。特に、配線回路の形成に用いた銅箔が亜鉛等の無機防錆層を備えていると、その部分での電気抵抗が上昇する傾向にあり、その銅箔回路と接触して層間導通を得るための硬化した導電性ペースト部の抵抗が低いことは、トータルの見たプリント配線板の電氣的導電性を良好な状態に保ち、電子機器の誤動作を防止するものとなるのである。

【0033】また、上述した導電性ペースト粘度の経時変化が小さいと言うことは、導電性ペーストとしての粘度管理が容易になり、導電性ペーストの品質変動が小さいと言うことになる。このような導電性ペーストを用いると、製造する回路の厚さ、幅、回路エッジの直線性等に高い精度のプリント配線板が得られることになるのである。

#### 【0034】

【発明の実施の形態】以下、本発明を実施形態を通じて、比較例と対比しつつ、本件発明に関し、より詳細に説明する。

【0035】第1実施形態：本実施形態では、請求項1に記載した製造方法を用いて、銀コート銅粉を製造し、その銀コート銅粉を用いて導電性ペーストを製造し、導電性ペーストの粘度の変化率を測定したのである。更に、従来の銀コート銅粉との比較を行った。

【0036】最初に銅粉粒の表面に銀層を形成する銀コート工程のプロセスについて説明する。平均粒径 $4.18\mu\text{m}$ の銅粉 $1\text{kg}$ を、水 $9\text{リットル}$ にEDTA $160\text{g}$ を溶解させた溶液中に分散させ、ここに硝酸銀溶液 $1000\text{ml}$ を添加し、 $30$ 分間の攪拌を行った。このときの硝酸銀溶液とは、アンモニア水溶液 $220\text{ml}$ に硝酸銀 $180\text{g}$ を溶解させ、水を添加して $1\text{リットル}$ として調整したものである。その後、更に、ロッシェル塩 $140\text{g}$ を添加して、 $30$ 分間攪拌を継続し、銀コート銅粉を得た。そして、吸引濾過することで、銀コート銅粉と溶液とを濾別し、水洗し、当該銀コート銅粉を $70^\circ\text{C}$ の温度で $5$ 時間の乾燥を行った。

【0037】銀コート工程にて得られた銀コート銅粉を、表面平滑化工程で、銀コート銅粉の表面凹凸を消失させ、滑らかな表面を持つ銀コート銅粉とした。銀層平滑化工程として、ハイブリタイザーを用いて、回転数 $6000\text{rpm}$ で、 $5$ 分間の処理を行った。この段階の銀

コート銅粉の形状は、図1に示した如き、非常に平滑な表面を持つ粉粒が得られている。ここで得られた銀コート銅粉のCV値は $22.8\%$ 、タップ充填密度 $4.8\text{g}/\text{cm}^3$ 、比表面積が $0.29\text{m}^2/\text{g}$ であった。

【0038】本件明細書における「タップ充填密度の測定」には、試料重量を $120\text{g}$ として、パウダーテスターPTE（ホソカワミクロン株式会社製）を用いて測定し、た。マイクロトラック平均粒径の測定は、銀コート銅粉 $0.1\text{g}$ をSNディスパーサント5468の $0.1\%$ 水溶液（サンノブコ社製）と混合し、超音波ホジナイザ（日本精機製作所製 US-300T）で $5$ 分間分散させた後、レーザー回折散乱式粒度分布測定装置 Micro Trac HRA 9320-X100型（Leeds+Northrup社製）を用いて行った。比表面積は、試料 $2.00\text{g}$ を $75^\circ\text{C}$ で $10$ 分間の脱気処理を行った後、モノゾープ（カンタクロム社製）を用いてBET1点法で測定した。

【0039】続いて、この滑らかな表面を持つ銀コート銅粉を用いて、エポキシ系導電性ペーストを製造した。当該銀コート銅粉を $85$ 重量部、第1のエポキシ樹脂には油化シェル社製のエピコート828を $3$ 重量部、第2のエポキシ樹脂には東都化成株式会社製のYD-171を $9$ 重量部、エポキシ樹脂硬化剤として味の素株式会社製のアミキュアMY-24を $3$ 重量部として、これらを混合して $30$ 分間の混練を行ってエポキシ系導電性ペーストを得たのである。

【0040】以上のようにして得られたエポキシ系導電性ペーストの製造直後の粘度を測定すると $110\text{Pa}\cdot\text{s}$ という結果が得られている。なお、本件明細書における粘度の測定には、東機産業社製の粘度計であるRE-105Uを用いて、 $0.1\text{rpm}$ の回転数で測定したものである。

【0041】更に、本件発明者等は、上述した本実施形態の効果を確認するため、比較に用いる実施形態として、以下の内容を実施した（以下、「比較例1」と称する。）。比較例として、従来の表面平滑化処理を行っていない銀コート銅粉を用いて、上述したと同様のエポキシ系導電性ペーストを製造した。このときの銀コート銅粉の粉粒は、図2に示した通りであり、表面が滑らかな状態にはなっていない。

【0042】そして、これらの粘度を測定した。その結果、表面平滑化処理を行っていない銀コート銅粉を用いて得られたエポキシ系導電性ペーストの製造直後の粘度を測定すると $600\text{Pa}\cdot\text{s}$ であり、本実施形態の場合と比較して粘度が非常に大きいことが分かる。

【0043】第2実施形態：本実施形態では、請求項2に記載した製造方法を用いて、銀コート銅粉を製造し、その銀コート銅粉を用いて導電性ペーストを製造し、導電性ペーストの粘度の変化率を測定したのである。更に、従来の銀コート銅粉との比較を行った。

【0044】最初に、平均粒径 $4.18\mu\text{m}$ の銅粉 $1\text{kg}$ を、銅粉粒平滑化工程として、ハイブリタイザーを用いて、回転数 $6000\text{rpm}$ で、5分間の処理を行い、銅粉の粉粒の表面の平滑化を行った。次に、この銅粉粒の表面に銀層を形成するにであるが、銀コート工程のプロセスは、第1実施形態の場合と同様であるため、重複した記載を避けるため、ここでの説明は省略する。

【0045】そして、銀コート工程にて得られた銀コート銅粉を、銀層平滑化工程で、銀コート銅粉の表面凹凸を消失させ、滑らかな表面を持つ銀コート銅粉とするのであるが、このときの条件も第1実施形態と同様であるため、ここでの記載を省略する。ここで得られた銀コート銅粉のCV値は $22.4\%$ 、タップ充填密度 $5.3\text{g}/\text{cm}^3$ 、比表面積が $0.25\text{m}^2/\text{g}$ であった。

【0046】更に、この銀コート銅粉を用いて、エポキシ系導電性ペーストを製造したのであるが、この製造方法も第1実施形態と同様であるため、ここでの記載を省略する。

【0047】以上のようにして得られたエポキシ系導電性ペーストの製造直後の粘度を測定すると $80\text{Pa}\cdot\text{s}$

という結果が得られている。この値は、第1実施形態で製造した銀コート銅粉の粘度よりも低いものとなっている。

【0048】

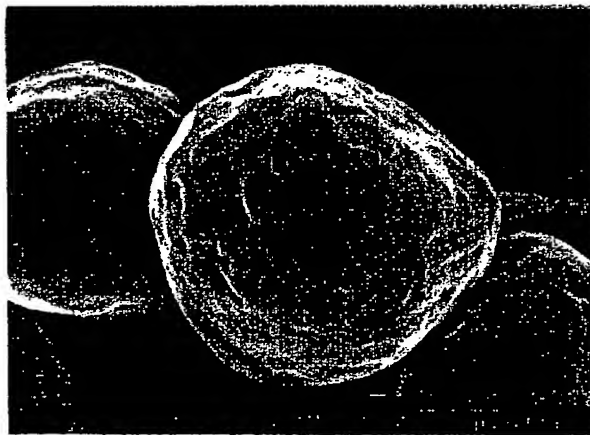
【発明の効果】本件発明に係る製造方法を用いて得られる銀コート銅粉は、その粉粒表面の形状が非常に滑らかである。そのため、その銀コート銅粉を用いて製造した導電性ペーストは、ペースト粘度が低くなり、しかも、ペースト中での銀コート銅粉の分散性に優れたものとする事が可能となるため、導電性ペーストとしての品質管理が非常に容易なものとなる。そして、この導電性ペーストを用いることで、プリント配線板の層間導通部の穴部への充填性が向上するとともに、微細回路の作成にも対応できる事となるのである。

【図面の簡単な説明】

【図1】走査型電子顕微鏡で観察した本件発明に係る銀コート銅粉。

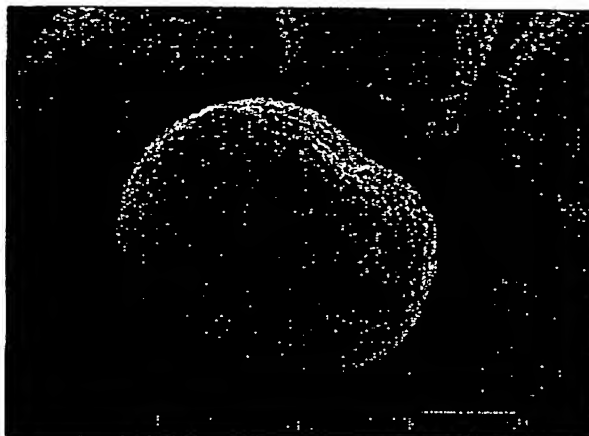
【図2】走査型電子顕微鏡で観察した従来の銀コート銅粉。

【図1】





【図2】



---

フロントページの続き

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>

H 0 5 K 3/12

識別記号

6 1 0

F I

H 0 5 K 3/12

テ-イコ-ド (参考)

6 1 0 B

F タ-ム (参考) 4K018 BA02 BC22

5E343 AA07 BB25 BB76 GG08 GG11

5G301 DA03 DA06 DD01 DE03

This Page Blank (uspto)

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☒ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**

**This Page Blank (uspto)**